

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2002-212716

(43)Date of publication of application : 31.07.2002

(51)Int.Cl.

C23C 14/34
C22C 28/00
C22C 33/02
C22C 38/00
G11B 11/105

(21)Application number : 2000-374543

(71)Applicant : MITSUBISHI MATERIALS CORP

(22)Date of filing : 08.12.2000

(72)Inventor : HIJIKATA KENICHI
MISHIMA TERUSHI
KOMIYAMA SHOZO
TAKADA YOSHIAKI
NIBUTA HIROSHI

(30)Priority

Priority number : 11348860
2000352042

Priority date : 08.12.1999
20.11.2000

Priority country : JP

JP

(54) SINTERED SPUTTERING TARGET MATERIAL FOR FORMING RECORDING LAYER OF MAGNETO-OPTICAL RECORDING MEDIUM EXHIBITING EXCELLENT CRACKING RESISTANCE UNDER HIGH SPUTTERING POWER

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a sintered sputtering target material for forming a recording layer of a magneto-optical recording medium which exhibits excellent cracking resistance under high sputtering power.

SOLUTION: The sintered sputtering target material consists of a press sintered body. The press sintered body has (a) a composition containing rare earth metals consisting of 41 to 49 mass% of one or more kinds selected from Tb, Gd and Dy, and the balance transition metals consisting of Fe or essentially consisting of Fe and containing Co or essentially consisting of Fe and containing Co and Cr with inevitable impurities. The press sintered body has (b) a structure consisting of: dispersed phases essentially consisting of an intermetallic compound satisfying the compositional formula of RT3 by atomic ratio wherein the rare earth metals are expressed by R, and the transition metals are expressed by T by structural observation with a scanning electron microscope; and continuous phases (skeletal structural phases) existing among the dispersed phases and essentially consisting of an intermetallic compound satisfying the compositional formula of R6T23. In the dispersed phases, a fine intermetallic compound satisfying the compositional formula of R2T17 is dispersedly distributed simultaneously with the intermetallic compound satisfying the compositional formula of R6T23. The press sintered body also has a theoretical density ratio of $\geq 90\%$.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2002-212716

(P 2 0 0 2 - 2 1 2 7 1 6 A)

(43) 公開日 平成14年7月31日 (2002. 7. 31)

(51) Int. Cl. ⁷	識別記号	F I	テマコード (参考)
C23C 14/34		C23C 14/34	A 4K018
C22C 28/00		C22C 28/00	A 4K029
33/02		33/02	B 5D075
38/00	304	38/00	304
G11B 11/105	546	G11B 11/105	546 K
審査請求 未請求 請求項の数 1 O L (全6頁)			

(21) 出願番号 特願2000-374543 (P 2000-374543)

(22) 出願日 平成12年12月8日 (2000. 12. 8)

(31) 優先権主張番号 特願平11-348860

(32) 優先日 平成11年12月8日 (1999. 12. 8)

(33) 優先権主張国 日本 (J P)

(31) 優先権主張番号 特願2000-352042 (P 2000-352042)

(32) 優先日 平成12年11月20日 (2000. 11. 20)

(33) 優先権主張国 日本 (J P)

(71) 出願人 000006264

三菱マテリアル株式会社

東京都千代田区大手町1丁目5番1号

(72) 発明者 土方 研一

埼玉県大宮市北袋町1-297 三菱マテリアル株式会社総合研究所内

(72) 発明者 三島 昭史

埼玉県大宮市北袋町1-297 三菱マテリアル株式会社総合研究所内

(74) 代理人 100076679

弁理士 富田 和夫 (外1名)

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 高スパッタ電力ですぐれた耐割損性を発揮する光磁気記録媒体の記録層形成用焼結スパッタリングターゲット材

(57) 【要約】

【課題】 高スパッタ電力ですぐれた耐割損性を発揮する光磁気記録媒体の記録層形成用焼結スパッタリングターゲット材を提供する。

【解決手段】 焼結スパッタリングターゲット材を、

(a) Tb、Gd、およびDyのうちの1種または2種以上からなる希土類金属：41～49質量%、を含有し、残りがFe、Feが主体でCo含有、およびFeが主体でCoとCr含有のうちのいずれかからなる遷移金属と不可避不純物からなる組成、並びに (b) 走査型電子顕微鏡による組織観察で、上記希土類金属をR、上記遷移金属をTで表わした場合に、いずれも原子比で、組成式：R₁T₃を満足する金属間化合物を主体とする分散相と、前記分散相相互間に介在し、組成式：R₂T₂を満足する金属間化合物を主体とする連続相（スケルトン組織相）からなり、かつ上記分散相には微細にして組成式：R₂T₁を満足する金属間化合物と同じく微細にして組成式：R₂T₂を満足する金属間化合物が分散分布した組織、を有し、かつ90%以上の理論密度比を有する加圧焼結体で構成する。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 (a) Tb、Gd、およびDyのうちの1種または2種以上からなる希土類金属：41～49質量％、を含有し、残りがFe、Feが主体でCo含有、およびFeが主体でCoとCr含有のうちのいずれかからなる遷移金属と不可避不純物からなる組成、

(b) 走査型電子顕微鏡による組織観察で、上記希土類金属をR、上記遷移金属をTで表わした場合に、いずれも原子比で、

組成式：RT₃を満足する金属間化合物を主体とする分散相と、

上記分散相互間に介在し、組成式：R₂T₁₇を満足する金属間化合物を主体とする連続相（スケルトン組織相）からなり、かつ上記分散相には微細にして組成式：R₂T₁₇を満足する金属間化合物と同じく微細にして組成式：R₂T₁₇を満足する金属間化合物が分散分布した組織、以上(a)および(b)の組成と組織を有し、かつ90％以上の理論密度比を有する加圧焼結体で構成したことを特徴とする高スパッタ電力ですぐれた耐割損性を発揮する光磁気記録媒体の記録層形成用焼結スパッタリングターゲット材。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】この発明は、スパッタリング装置で高速成膜を行うために、高スパッタ電力を印加しても割損の発生がない光磁気記録媒体の記録層形成用焼結スパッタリングターゲット材（以下、単にターゲット材と云う）に関するものである。

【0002】

【従来の技術】一般に、半導体レーザーなどの光ビームおよび電磁コイルを用いて、情報の記録や再生、さらに消去を行う光磁気ディスクなどの光磁気記録媒体が、基本的に例えばポリカーボネートの基板と、これの表面にいずれもスパッタリング法により形成された下部誘電体保護層、記録層、上部誘電体保護層、および反射層の構成層からなることが知られている。

【0003】また、上記の光磁気記録媒体の構成層のうちの記録層（以下、単に記録層と云う）の形成に用いられるターゲット材として、例えば特開平8-302463号公報などに記載される通り、(a)希土類金属：41～49質量％、を含有し、残りが遷移金属と不可避不純物からなる組成、(b)希土類金属-遷移金属合金粉末相と、これの相互間に介在した希土類金属-遷移金属合金の粒界拡散相からなる組織、以上(a)および

(b)の組成と組織を有し、かつ90％以上の理論密度比を有する加圧焼結体で構成されたターゲット材が知られている。

【0004】さらに、上記のターゲット材が、原料粉末として、アトマイズ法により粉化された希土類金属-遷移金属合金粉末を用い、この原料粉末に、例えば理論密

度比が90～97％未満の場合には、温度：液相出現温度以下30～100℃、圧力：10～40MPaの条件でのホットプレス処理、また理論密度比が97％以上の場合には、同じく温度：液相出現温度以下30～100℃、圧力：50～120MPaの条件でのHIP（熱間静水圧プレス）処理を施すことにより製造されることも知られている。

【0005】さらに、また一般に上記の記録層は、スパッタリング装置として、例えば直流マグネトロンスパッタリング装置を用い、まず、内部を循環する冷却水によって冷却された例えば無酸素銅製バックングプレートに上記のターゲット材をハンダ付けなどにて取り付け、装置内を真空排気装置にて排気した後、Arガスを導入して所定のスパッタガス圧に保持し、この状態で直流電源によってターゲット材にスパッタ電力を印加して、前記ターゲット材と対向し、かつ所定の間隔を設けて平行配置した、例えばポリカーボネートの基板との間にグロー放電を発生させ、このグロー放電を形成するプラズマ中のArイオンを前記ターゲット材の表面に衝突させてスパッタし、スパッタ粒子を前記基板表面に蒸着することにより形成されている。

【0006】

【発明が解決しようとする課題】一方、近年の上記の光磁気ディスクなど光磁気記録媒体の生産性向上に対する要求は強く、これに伴い、構成層の成膜速度も高速化の傾向にある。しかし高速成膜を行うためにはターゲット材と基板間に発生するグロー放電のプラズマ密度を高くする必要があり、このためには前記ターゲット材に印加されるスパッタ電力を高くすることが不可欠となるが、上記の従来ターゲット材においては、これに高いスパッタ電力を印加すると、割損が発生し易くなることから、さらに一段の高速成膜を満足に行うことができないのが現状である。

【0007】

【課題を解決するための手段】そこで、本発明者らは、上述の観点から、上記の従来ターゲット材に着目し、これの耐割損性向上を図るべく研究を行った結果、(a)上記の従来ターゲット材の構成成分である希土類金属を、Tb、Gd、およびDyに特定すると共に、同じく遷移金属をFe、Feが主体でCo含有、およびFeが主体でCoとCr含有に特定した上で、(b)上記(a)のターゲット材に対して、これの製造工程におけるホットプレス処理またはHIP処理の加熱温度からの冷却（通常炉冷）過程、あるいは別設の加熱炉で、真空、あるいは不活性ガス雰囲気中、750～950℃の温度に20～50時間保持後炉冷の条件、熱処理を施すと、(c)上記(b)の熱処理後のターゲット材は、走査型電子顕微鏡による組織観察で、上記の希土類金属をR、遷移金属をTで表わした場合に、いずれも原子比で、組成式：RT₃を満足する金属間化合物の分散相

と、上記分散相相互間に介在し、組成式： R_6T_{12} を満足する金属間化合物の連続相（スケルトン組織相）からなり、かつ上記分散相には微細にして組成式： R_2T_4 を満足する金属間化合物と同じく微細にして組成式： R_6T_{12} を満足する金属間化合物が分散分布した組織をもつようになり、(d)上記(c)の組織を有するターゲット材は、スパッタリングに際して、これに印加されるスパッタ電力に対して高い強靱性を示し、したがってこれに高いスパッタ電力を印加してもすぐれた耐割損性を示すことから、上記の従来ターゲット材による成膜速度に比して一段と速い速度での成膜を可能にするという研究結果を得たのである。

【0008】この発明は、上記の研究結果に基づいてなされたものであって、(a)Tb、Gd、およびDyのうちの1種または2種以上からなる希土類金属：41～49質量%、を含有し、残りがFe、Feが主体でCo含有、およびFeが主体でCoとCr含有のうちのいずれかからなる遷移金属と不可避不純物からなる組成、

(b)走査型電子顕微鏡による組織観察で、上記希土類金属をR、上記遷移金属をTで表わした場合に、いずれも原子比で、組成式： RT_3 を満足する金属間化合物を主体とする分散相と、上記分散相相互間に介在し、組成式： R_6T_{12} を満足する金属間化合物を主体とする連続相（スケルトン組織相）からなり、かつ上記分散相には微細にして組成式： R_2T_4 を満足する金属間化合物と同じく微細にして組成式： R_6T_{12} を満足する金属間化合物が分散分布した組織、以上(a)および(b)の組成と組織を有し、かつ90%以上の理論密度比を有する加圧焼結体で構成してなる、高スパッタ電力ですぐれた耐割損性を発揮するターゲット材に特徴を有するものである。

【0009】なお、この発明のターゲット材を構成する加圧焼結体の希土類金属の含有量が41～49質量%と定められているのは以下に示す理由によるものである。すなわち、一般にターゲット材の表面をスパッタすることにより基板の表面に蒸着形成される記録層は、特性上所定の飽和磁化と保磁力を具備する必要がある、この特性を具備するものとして希土類金属と遷移金属からなる記録層が用いられている。この場合希土類金属の含有割合が41質量%未満（相対的に遷移金属の含有割合が増加する）でも、また49質量%を越え（反対に遷移金属の含有割合が減少する）ても、記録層の具備する飽和磁化が大きくなる一方、保磁力が低下するようになって、小さな記録磁区を安定的に保持することができなくなることから、遷移金属に対する希土類金属の含有量が41～49質量%と定められているものであり、したがってスパッタリング法では、実質的にターゲット材の組成とほぼ同じ組成の記録層が形成されることから、ターゲット材における希土類金属の含有量も41～49質量%と定められているのである。また、同じくターゲット材を

構成する加圧焼結体の理論密度比を90%以上としたのは、その理論密度比が90%未満になると、これの表面に印加されるスパッタ電力を高くしても成膜速度に顕著な向上効果現れないという理由からであり、望ましくは98%以上の理論密度比を持つようにするのが良い。

【0010】

【発明の実施の態様】つぎに、この発明のターゲット材を実施例により具体的に説明する。通常の高周波真空溶解炉を用い、炉内を 1×10^{-2} Pa以下の真空に保持しながら、それぞれ表1に示される成分組成の合金溶湯を調製し、この溶湯をArガスアトマイズにより粉化し、篩分することにより同じく表1に示される平均粒径をもった原料粉末A～Zをそれぞれ製造した。

【0011】ついで、この結果得られた原料粉末A～Zのうちの1種、あるいは2種または3種を選び、焼結炉として、ホットプレス装置（HP）を用いる場合には黒鉛型に、また熱間静水圧焼結装置（HIP）を用いる場合には軟鋼カプセルに充填した状態でそれぞれ装入し、この装入に際して、2種または3種の原料粉末を組み合わせ用いる場合には、いずれかの原料粉末が中心部に円形に位置し、残りの原料粉末がこれの外周部にリング状に位置するように同心的に装入し、ホットプレス装置（HP）では、加熱温度（焼結温度）を液相出現温度以下30～100℃の範囲内の所定の温度とし（この場合、2種または3種の原料粉末装入では、中心円形部を占める原料粉末の液相出現温度を基準とする。これは以下のHIPでも同じ）、圧力を10～40 MPaの範囲内の所定の圧力として、1～3時間の範囲内の所定の時間保持の条件で処理し、またHIPでは、加熱温度（焼結温度）を液相出現温度以下30～100℃の範囲内の所定の温度とし、圧力を80～100 MPaの範囲内の所定の圧力として、1～3時間の範囲内の所定の時間保持の条件で処理して焼結し、さらに前記焼結炉での加熱温度からの冷却過程、あるいは別設の通常の加熱炉で、それぞれArガス雰囲気中、800～950℃の範囲内の所定温度に25～40時間の範囲内の所定時間保持後炉冷の条件で熱処理を施すことにより、表2に示される通りの単一相（中心円形部、中間リング部、および外側リング部が同じ原料粉末記号となる）、同心2相（中心円形部と外側リング部からなる）、または同心3相（中心円形部と中間リング部と外側リング部からなる）で構成され、同じく表2に示される理論密度比（中心部測定）を有する加圧焼結体からなり、かつ直径：12.7 mm×厚さ：1.2 mmの寸法をもった本発明ターゲット材1～18をそれぞれ製造した。上記の本発明ターゲット材1～18について、それぞれの任意断面を、同心2相および同心3相の場合には構成相毎に、走査型電子顕微鏡を用いて組織観察したところ、いずれも組成式： RT_3 を満足する金属間化合物を主体とする分散相と、前記分散相相互間に介在し、組成式： R_6T_{12} を満足する金

属間化合物を主体とする連続相（スケルトン組織相）からなり、かつ上記分散相には微細にして組成式： R_2T_{17} を満足する金属間化合物と同じく微細にして組成式： R_6T_{23} を満足する金属間化合物が分散分布した組織を示した。

【0012】また、比較の目的で、表3に示される通り加圧焼結体に対する熱処理を行わない以外は同一の条件で比較ターゲット材1～12をそれぞれ製造した。

【0013】ついで、上記の本発明ターゲット材1～18および比較ターゲット材1～12のそれぞれを、無酸素銅製の水冷バックリングプレートにハンダ付けして、通常の直流マグネトロンスパッタリング装置に装着し、まず装置内を真空排気装置にて 1×10^{-2} Pa以下の真空雰囲気とした後、Arガスを導入して装置内雰囲気を 0.7 Paのスパッタガス圧とした状態で、まず直流電源によってターゲット材に 1 KW（平均電力密度： 7.9 W/cm²）のスパッタ電力を印加して、前記ターゲット材と対向し、かつ 5 cmの間隔を設けて平行配置した直径： 6.5 cm×厚さ： 0.5 mmのガラス基板と

前記ターゲット材間にグロー放電を発生させ、前記グロー放電を形成するプラズマ中のArイオンを前記ターゲット材の表面に衝突させて前記ターゲット材をスパッタし、スパッタ粒子を前記基板表面に蒸着する記録層形成を開始し、引き続いてそれぞれの付加電力に5分間保持しながら電力を 0.5 KWづつ段階的に上げていき、ターゲット材に割れが発生した時点のスパッタ電力（以下、割れ発生臨界スパッタ電力と云う）を測定した。これらの測定結果をそれぞれ表2、3に示した。なお、上記の同心2相および同心3相構造の本発明ターゲット材13～18を用いて上記基板表面に蒸着形成された記録層について、これを構成する希土類金属の層中の濃度分布を調査したところ、中心、この中心から半径： 15 mmの位置、および同中心から半径： 30 mmの位置における含有量がほぼ同一で、バラツキのきわめて小さいものであった。

【0014】

【表1】

種 別	成 分 組 成 (質 量 %)							平均粒径 (μ m)
		Tb	Gd	Dy	Co	Cr	Fe+ 不純物	
原 料 粉 末	A	45.3	—	—	—	—	残	47
	B	42.7	—	—	8.1	4.2	残	45
	C	—	48.4	—	—	—	残	50
	D	—	45.9	—	5.8	—	残	58
	E	20.8	9.5	17.0	—	—	残	53
	F	—	—	41.3	16.4	2.8	残	48
	G	44.8	—	—	9.7	—	残	55
	H	25.1	20.3	—	6.0	—	残	48
	I	—	47.0	—	12.7	2.0	残	51
	J	—	10.2	32.1	15.1	3.3	残	46
	K	—	—	44.2	11.3	—	残	49
	L	18.5	—	27.5	14.9	—	残	42
	M	41.5	—	—	6.2	2.7	残	48
	N	48.6	—	—	5.4	2.4	残	52
	O	—	42.8	—	—	—	残	55
	P	—	47.1	—	—	—	残	47
	Q	—	—	41.7	18.2	—	残	49
	R	—	—	46.8	16.6	—	残	53
	S	31.0	—	10.6	6.1	—	残	51
	T	35.3	—	12.0	5.5	—	残	55
	U	—	41.8	—	12.1	—	残	47
	V	—	45.4	—	11.4	—	残	53
	W	—	48.8	—	10.7	—	残	52
	X	—	34.5	8.4	6.1	1.3	残	57
	Y	—	36.9	9.0	5.8	1.3	残	48
	Z	—	39.2	9.5	5.5	1.2	残	53

【0015】

【表2】

種 別		焼結炉	熱処理炉	原料粉末記号 (括弧内は外径:mm)			理論 密度比 (%)	割れ発生 臨界ス パッタ電力 (KW)
				中心 円形部	中間リ ング部	外側リ ング部		
本 発 明 タ ー ゲ ッ ト 材	1	HP	焼結炉	A	A	A	94	6.0
	2	HIP	焼結炉	B	B	B	99	5.5
	3	HP	焼結炉	C	C	C	96	5.0
	4	HIP	焼結炉	D	D	D	98	5.0
	5	HP	焼結炉	E	E	E	95	5.5
	6	HP	加熱炉	F	F	F	94	6.0
	7	HIP	加熱炉	G	G	G	99	5.5
	8	HIP	加熱炉	H	H	H	99	5.5
	9	HP	加熱炉	I	I	I	96	5.0
	10	HIP	加熱炉	J	J	J	98	5.5
	11	HIP	加熱炉	K	K	K	99	6.0
	12	HP	加熱炉	L	L	L	95	5.5
	13	HP	焼結炉	M (100)	—	N	94	5.5
	14	HP	焼結炉	O (90)	—	P	93	5.0
	15	HP	加熱炉	Q (110)	—	R	96	5.0
	16	HP	加熱炉	S (80)	—	T	94	5.0
	17	HP	焼結炉	U (60)	V (100)	W	95	5.5
	18	HP	加熱炉	X (80)	Y (110)	Z	93	5.0

【0016】

【表3】

種 別		焼結炉	熱処理炉	原料粉 末記号	理論 密度比 (%)	割れ発生 臨界スバ ッタ電力 (KW)
比 較 タ ー ゲ ッ ト 材	1	HP	—	A	94	2.5
	2	HIP	—	B	99	3.0
	3	HP	—	C	96	2.5
	4	HIP	—	D	98	2.5
	5	HP	—	E	95	2.5
	6	HP	—	F	94	3.0
	7	HIP	—	G	99	3.0
	8	HIP	—	H	99	2.5
	9	HP	—	I	96	2.5
	10	HIP	—	J	98	3.0
	11	HIP	—	K	99	2.5
	12	HP	—	L	95	2.5

【0017】

ターゲット材1～18は、いずれも従来ターゲット材と同
 【発明の効果】表2、3に示される結果から、本発明タ 50 等の組成および組織を有する比較ターゲット材1～12

に比して、印加スパッタ電力に対する割れ抵抗が著しく高く、したがって従来ターゲット材では割れ発生のために印加することが不可能であった高いスパッタ電力を印加しても割れ発生が著しく抑制されることから、速い成膜速度での記録層形成を可能とすることが明らかであ

る。上述のように、この発明のターゲット材は、スパッタリング装置での記録層形成を従来ターゲット材を用いた場合に比して、一段と高速で行うことができ、生産性の向上および低コスト化に大いに寄与するものである。

フロントページの続き

(72)発明者 小見山 昌三

埼玉県大宮市北袋町 1-297 三菱マテリアル株式会社総合研究所内

(72)発明者 高田 佳明

兵庫県三田市テクノパーク12-6 三菱マテリアル株式会社三田工場内

(72)発明者 丹生田 浩志

兵庫県三田市テクノパーク12-6 三菱マテリアル株式会社三田工場内

Fターム(参考) 4K018 AA27 BA18 DA11 EA02 EA13

EA14 KA29

4K029 BA21 BA24 BD12 CA05 DC04

DC09

5D075 FF04 GG03